



Point 6 de l'ordre du jour

CX/MAS 19/40/6 Add.1
Mai 2019

**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

Quarantième session

Budapest, Hongrie, 27 - 31 mai 2019

RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (CXG 54-2004)

Réponses à la CL 2019/16-MAS

Observations de l'Australie, le Canada, l'Équateur, l'Égypte, la Jamaïque, le Maroc, la Nouvelle-Zélande, la Norvège, le Pérou et BIPM

AUSTRALIE

Bien que l'Australie ait été surprise, après la série de commentaires du groupe de travail électronique, que la GL54 proposée nécessitait une réécriture aussi complète, maintenant nous proposons uniquement que ce projet de directive proposé à l'Appendice 1 puisse être condensé.

En ce qui concerne les autres points de discussion mentionnés au paragraphe 21,

- Les exemples d'échantillonnage en vue d'acceptation devraient-ils faire partie des directives?

Étant donné que ces exemples concernent principalement l'échantillonnage en vue d'acceptation, ils peuvent se révéler non probants et ils seraient mieux placés dans GL50, ou bien traités par une application de GL50.

- La Figure 1 (ancienne Figure 5) devrait-elle faire partie des directives?

Oui.

- Par conséquent, il serait peut-être raisonnable d'envisager une directive expliquant les différentes normes, directives et publications ISO.

À l'heure actuelle, la priorité devrait consister à finaliser le document de la GL54 révisée, destiné à remplacer les directives existantes, comme cela a été proposé à l'étape 3.

- Il convient d'examiner si une version adaptée de GL 59, chapitre 4 pourrait être incluse dans GL 54.

Étant donné que le mandat du CCMAS en matière de produits et la fenêtre dans les concentrations de dispositions pour l'échantillonnage et l'analyse sont beaucoup plus vastes que CCPR, ces orientations supplémentaires devraient être détaillées pour couvrir ce mandat et nécessiteraient donc des efforts considérables.

CANADA

Le Canada a le plaisir de formuler les observations suivantes en réponse à la lettre circulaire CL 2019/15-MAS.

Observations de caractère général:

Le Canada continue d'appuyer la communication de l'incertitude de mesure ensemble avec le résultat de l'analyse. Il existe un certain nombre de procédés acceptables pour calculer l'incertitude de mesure. Selon l'approche choisie, l'incertitude de mesure peut être plus grande ou plus petite. En fin de compte, il appartient au pays de prendre en considération l'incertitude de mesure.

Observations spécifiques:

Résumé et conclusion:

Par 21 (Autres points de discussion):

Puce 1:

Nous recommandons que les deux exemples d'échantillonnage en vue d'acceptation ne soient pas inclus dans la directive afin d'éviter tout chevauchement avec les orientations pour l'élaboration du plan d'échantillonnage.

Puce 2

Nous recommandons que la Figure 1 ne fasse **pas** partie de la directive, car il est indiqué à plusieurs endroits dans les directives qu'il incombe aux autorités nationales de déterminer comment utiliser l'incertitude de mesure et son intervalle en ce qui concerne l'échantillonnage en vue d'acceptation ou l'évaluation de la conformité. Garder cette Figure dans le document rendra cette position confuse.

Appendice I:

Introduction:

Par 1, ligne 3: Nous proposons de supprimer le texte: "~~correctement prises en compte dans l'évaluation de la conformité~~" et le remplacer par "**correctement prises en compte**".

Par 1, ligne 8: Nous suggérons de remplacer "~~vérification de la conformité à la réglementation~~" par "**vérification analytique**".

Par 2, ligne 7/9: ~~En plus elle exige que les règles de décision appliquées dans l'évaluation de la conformité reposent sur l'incertitude de mesure et d'échantillonnage.~~

Note en bas de page:

Ajouter des sections / réviser selon ce qui suit:

L'hétérogénéité entre les prises d'essai **est composée de l'hétérogénéité de composition (CH) et de l'hétérogénéité de distribution (DH). Toutes les deux entraînent des erreurs aléatoires lors de la sélection d'une prise d'essai, appelée erreur fondamentale d'échantillonnage, - appelée également variabilité fondamentale -, mais aussi erreur de regroupement et de séparation. La variabilité fondamentale résulte de l'hétérogénéité de composition (CH) et elle constitue la variabilité entre les prises d'essai qui subsiste même sous le meilleur degré possible de réduction de taille des particules que l'on peut obtenir.** La variabilité fondamentale a un effet dominant sur la variabilité totale lorsque le «composé cible» est principalement situé dans une fraction spécifique des particules (il existe un faible nombre de particules avec des concentrations relativement élevées du composé cible). **La variabilité fondamentale peut être contrôlée en collectant une masse de prise d'essai suffisante. Les erreurs de regroupement et de séparation résultent de l'hétérogénéité de distribution (DH) où il s'agit de la distribution non aléatoire (spatiale ou temporelle) du "composé cible" dans le matériau à partir duquel une prise d'essai est sélectionnée. L'erreur de regroupement et de séparation peut être contrôlée par la collecte d'un nombre suffisant de prélèvements aléatoires pour constituer une prise d'essai.**

Par 24:

Nous proposons de remplacer "~~il convient de tenir compte de l'incertitude de mesure pour~~" par "**l'incertitude de mesure doit être communiquée afin de prendre une décision pour . . .**".

Par 26:

Nous proposons de supprimer: "~~L'influence de l'incertitude de mesure sur l'interprétation des résultats est illustrée dans le diagramme ci-dessous. Le diagramme montre comment l'incertitude de mesure peut être prise en compte lors de l'interprétation du résultat analytique par rapport à une limite légale~~", ceci pour rester conséquent avec la recommandation de supprimer la Figure 1.

Figure 1:

Tout le texte relatif à la Figure 1 doit être transféré à la fin de la Note 3.

Par 31 à 35:

Nous suggérons de supprimer le débat sur l'incertitude de mesure dans la section des plans d'échantillonnage ainsi que les exemples afin d'éviter tout chevauchement / confusion avec les directives sur les plans d'échantillonnage en cours d'élaboration.

Appendice II:

Par 5:

Concernant la définition de la préparation des échantillons nous proposons la modification suivante: Congélation, **comminution (réduction de la taille des particules)**, homogénéisation, etc.

ÉQUATEUR

(i) Observations de caractère général:

L'Équateur remercie le groupe de travail électronique pour le travail accompli et souhaite appuyer le document en tenant compte des observations suivants:

(ii) Observations spécifiques:

- L'Équateur suggère de supprimer ce qui suit au paragraphe 9 des Observations générales: (...), "atribuirse razonablemente a la cantidad medida ~~mienten~~". (*Erreur de traduction du mot "lie" en espagnol dans le fragment de texte "... atribuído a la cantidad medida va ..."*)

Motif: Pour mieux comprendre le document.

- Dans les Considérations de caractère général, par 11, modifier la traduction comme suit:

Por esta razón, el ~~factor~~ **enfoque** radica en la identificación y evaluación de los componentes principales de la incertidumbre de la medición. Pour cette raison, l'accent est mis sur l'identification et l'évaluation des composants *principaux* de l'incertitude de mesure.

Motif: Pour mieux comprendre le texte.

- Le pays considère que la traduction au paragraphe 12 des composantes de l'incertitude devrait être modifiée comme suit:

Estas fuentes pueden no ser independientes, en cuyo caso las correlaciones respectivas deben tenerse en cuenta en el ~~presupuesto~~ **cálculo de la incertidumbre** (...). Ces sources peuvent ne pas être indépendantes, auquel cas les corrélations respectives doivent être prises en compte dans le **calcul** de la corbeille d'incertitude (...)

Motif: Pour mieux comprendre le document.

- Le pays suggère d'inclure une explication plus précise au paragraphe 16 sur ce à quoi le terme «essai circulaire» fait référence.
- Au paragraphe 20, le pays demande de réviser la mise à jour des normes citées car, pour la norme ISO / IEC 17025, la version actuelle date de 2017.
- L'Équateur considère que les deux exemples concernant l'inspection par variables (colis) et l'inspection par variables (vrac) devraient faire partie des directives.

Motif: Le fait de conserver les exemples rendrait le document plus clair, sinon, il serait nécessaire de se reporter aux directives correspondantes.

- Le pays suggère de conserver la Figure 1 au paragraphe 28 comme faisant partie des directives.
- Au paragraphe 45, le pays demande la modification suivante:

Así, por ejemplo, la incertidumbre de la preparación de la muestra se separa en las incertidumbres de los distintos pasos como el pesaje, la ~~homogeneización~~ **la homogenización**, el secado, la extracción, la dilución, etc., que deben combinarse.

Ainsi, à titre d'illustration, l'incertitude liée à la préparation de l'échantillon est établie en combinant l'incertitude respective des étapes de pesée, homogénéisation, séchage, extraction, dilution, etc. (*Note du traducteur: "homogenización" est un mot non accepté par le DRAE, Dictionnaire de l'Académie Royale d'Espagne alors que "homogeneización" est accepté*).

Motif: Pour mieux comprendre le document.

ÉGYPTE

La délégation de l'Égypte remercie et reconnaît le travail accompli par le GTe et elle voudrait proposer quelques **commentaires de caractère général**, comme suit:

- 1- Référence à la norme ISO 19036/2006 "Microbiologie des aliments - Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives" dans la clause Bibliographie (pages 23 à 24).
- 2- Référence à la "somme des composants", vu que les lignes directrices susmentionnées ne font référence qu'à une "méthode unique".

JAMAÏQUE

Observations de caractère général:

- La Jamaïque recommande que les deux exemples d'échantillonnage en vue d'acceptation soient exclus de la directive. Compte tenu du paragraphe 6 du contexte, il convient de supprimer la section "Utilisation de l'incertitude de mesure dans les plans d'échantillonnage" figurant au début du paragraphe 29. Il serait peut-être préférable de le placer dans les Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004), lorsque cette directive sera révisée.
- Il n'y a pas d'objection à ce que la Figure 1 fasse partie de la directive.
- La Jamaïque soutient l'élaboration des directives pour expliquer les nombreuses normes, directives et publications ISO.
- La Jamaïque est favorable à l'inclusion d'une section "Valeurs indicatives pour des incertitudes acceptables", comme indiqué dans le chapitre 4 de GL 59, dans GL 54, si elle devient généralisée.

MAROC

Observations particulières :

- Contexte :

Le point 4 : supprimer « de l'évaluation ».

Justificatif : c'est une répétition

- Résumé des principaux changements

Le Maroc propose de supprimer le dernier point : « Les deux autres exemples sont surlignés en jaune afin d'indiquer qu'il faut décider s'ils doivent ou non être inclus dans le projet ».

Justificatif : pour éviter la surcharge du document.

- Autres points de discussion

21. Les points suivants pourraient être discutés :

Les deux exemples d'échantillonnage pour acceptation devraient-ils faire partie des directives ?

Réponse : Le Maroc n'est pas d'accord pour que ces deux exemples d'échantillonnage pour acceptation soient inclus dans les directives.

Justificatif : Ils peuvent surcharger le document des directives révisées et comme l'incertitude de mesure sur l'échantillonnage sera traitée dans le cadre des travaux sur la révision des Directives générales sur l'échantillonnage GL 50-2004, il est préférable de ne pas l'inclure dans les directives.

- La Figure 1 (ancienne Figure 5) devrait-elle faire partie des directives ?

Réponse : le Maroc est d'accord pour inclure la figure 1 dans les directives

Justificatif : C'est pour faciliter de prendre des décisions sur la conformité à une spécification donnée en tenant compte de l'incertitude de mesure.

- Lors de la révision du premier projet, la complexité du processus de prise de décision devenait de plus en plus évidente. De plus, la norme ISO 17025 attache une grande importance au processus de prise de décision. Elle exige que les règles de décision appliquées dans l'évaluation de la conformité reposent sur l'incertitude de mesure et d'échantillonnage. Par conséquent, il serait peut-être raisonnable de penser à une directive expliquant les différentes normes, directives et publications ISO.

Réponse : Le Maroc soutient cette proposition.

Justificatif : La norme 17025 exige que les règles de décision appliquées dans l'évaluation de la déclaration de conformité reposent sur l'incertitude de mesure de l'échantillon et celle de l'échantillonnage par conséquent il est devenu obligatoire de documenter la règle de décision utilisée en tenant compte des niveaux de risque d'où la nécessité d'avoir une directive qui répond aux exigences de la norme.

- Il convient d'examiner si une version adaptée de GL 59, chapitre 4 pourrait être incluse dans le document GL 54.

Réponse : le Maroc est pour l'inclusion du chapitre 4 dans le document GL 54.

Justificatif : L'évaluation de l'incertitude de mesure est appliquée pour tout type d'activité au sein du laboratoire et pour éviter tout chevauchement avec GL 59, il est raisonnable de l'inclure dans le document GL 54.

APPENDICE I. PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (CXG 54 – 2004)

Introduction :

Paragraphe 1 : Le Maroc propose d'introduire l'incertitude de l'échantillonnage dans cette directive.

Justificatif : L'incertitude de l'échantillonnage est exigée par la norme 17025 ou bien de la traiter comme étant une activité autonome dans les directives générales sur l'échantillonnage (GL 50).

NOUVELLE-ZÉLANDE

Nous avons formulé des observations sur la portée et le bien-fondé de la dernière version de la révision des directives (le projet actuel) sous "Observations de caractère général". Nous avons exposé notre préoccupation principale dans la section "Observations spécifiques", ainsi que dans la réponse à la section 21.

Sommaire

5.8 1-..... Référence à la norme ISO 19036/2006 "Microbiologie des aliments - Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives" dans la clause Bibliographie (pages 23 à 24).	4
5.9 2-..... Référence à la "somme des composants", vu que les lignes directrices susmentionnées ne font référence qu'à une "méthode unique"	4
6. - Résumé des principaux changements	4
7. - Autres points de discussion	4
8. Observations de caractère général	5
9. Observations spécifiques.....	6
9.8. Figure 1	6
Recommandations.....	7
9.9. Observations sur la section 21 de l'introduction (page 3).....	7

Observations de caractère général

La délégation de la Nouvelle-Zélande apprécie les travaux du groupe de travail électronique sous la direction de l'Allemagne dans l'élaboration du projet des directives révisées sur l'incertitude de mesure.

La Nouvelle-Zélande a contribué plusieurs fois aux travaux du groupe de travail électronique et remercie la délégation allemande d'avoir préparé la dernière version de la révision des directives (le projet de document actuel) et d'avoir pris en compte un grand nombre des observations de la Nouvelle-Zélande. Néanmoins, malgré son implication, la Nouvelle-Zélande estime que **la portée du projet de document actuel est trop large et ne fournit pas d'orientations claires, concises et correctes**. Nous avons également une préoccupation technique principale qui n'a pas encore été résolue.

En ce qui concerne la portée, il serait utile de revenir aux bases et de poser la question: Quelles sont les exigences du Codex en matière de l'incertitude de mesure? Nous considérons que les directives du Codex sur l'incertitude de mesure devraient répondre aux exigences de la norme ISO 17025:

- Les contributions à l'incertitude de mesure
- Comment peut-on évaluer l'incertitude de mesure
- Comment peut-on faire un rapport sur l'incertitude de mesure

Nous considérons également que le projet de document actuel devrait fournir des orientations ou une référence à des orientations sur la manière dont les utilisateurs doivent interpréter l'incertitude de mesure dans les rapports d'essais analytiques, en particulier sur la relation entre les résultats des essais et les valeurs vraies qu'ils représentent, ainsi que sur le rôle de l'incertitude de mesure dans l'utilisation des résultats des essais. Il convient également de noter les limites d'utilisation de l'incertitude de mesure.

Il s'agit donc d'une portée moins large que celle adoptée dans le projet de document actuel. Nous estimons qu'aucune orientation n'est nécessaire concernant l'utilisation de l'incertitude de mesure dans le contrôle de l'échantillonnage, car la CXG 50 révisée expliquera l'erreur de mesure et son utilisation dans le contrôle de l'échantillonnage. La GL50 révisée contiendra également quelques orientations concernant l'utilisation de l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité.

En ce qui concerne le bien-fondé du projet de document actuel, **la préoccupation technique principale de la Nouvelle-Zélande se rapporte à la Figure 1**. Les observations spécifiques suivent ci-après. Nous avons d'autres points à prendre en compte dans les travaux en cours sur les directives.

Nous avons envoyé 4 réponses techniques différentes au groupe de travail électronique, en plus de plusieurs courriels et d'une téléconférence. Nos collègues allemands ont été très réactifs et ont certainement pris en compte notre contribution; nous prenons note qu'ils ont évoqué la complexité du processus de prise de décision pour ce travail.

Observations spécifiques

FIGURE 1 (PAGE 10)

La Nouvelle-Zélande considère que le texte a été sensiblement amélioré. Cependant, notre préoccupation technique principale concernant la Figure 1 et les commentaires associés subsiste, car ils peuvent facilement être considérés comme une procédure d'évaluation de la conformité approuvée.

Nous constatons avec satisfaction que la première note [Section 28, à la page 10] indique désormais que "L'intervalle d'incertitude de mesure utilisé dans la Figure 1 et sa comparaison avec la limite maximale ne sont pas destinés à être utilisés pour l'échantillonnage en vue d'acceptation ou l'évaluation de la conformité". Cependant, la Figure 1 est toujours susceptible d'être mal comprise et abusée à cause du libellé de quelques autres textes. Par exemple:

- La section 7 de l'introduction indique que le comité a convenu que la version révisée de la CXG 54 devrait contenir des informations sur l'utilisation de l'incertitude de mesure, ce qui est ensuite répété dans la section 13 «illustrer l'utilisation de l'incertitude de mesure...» et ainsi on s'attend à ce que les directives contiendront une procédure pour son utilisation.
- La Figure 1 est présentée conjointement avec les méthodes acceptées au niveau international pour l'évaluation de la conformité aux paragraphes 28 et 29, ce qui implique que la Figure 1 représente également une procédure valide.
- La Figure 1 et les observations associées décrivant la manière dont les résultats doivent être «interprétés» ont été empruntés à CXG 59 et la troisième note (section 28, page 11) fait référence à CXG 59 pour un débat plus approfondi sur l'interprétation. Cependant, des limitations et explications importantes dans CXG 59 ont été omises ou modifiées. Il n'est ni adéquat ni approprié d'utiliser la Figure 1 comme une illustration générale de l'influence de l'incertitude de mesure sur l'interprétation des résultats, comme prévu au paragraphe 26.
- Le terme «interprété» pourrait être compris comme désignant la décision d'accepter ou de rejeter le ou les échantillons analysés et, par conséquent, le lot sur lequel sont prélevés ces échantillons et ceci particulièrement lorsqu'il est lu conjointement avec la troisième note, qui fait référence à "un résultat d'essai conforme" et à "l'acceptation des envois commerciaux".
- Le titre de la section et les paragraphes 23 à 25 font référence à l'évaluation de la conformité, décrivent l'objectif de l'évaluation de la conformité et fournissent des indications sur la manière dont les exigences de la norme ISO 17025 en matière d'évaluation de la conformité (énoncées au paragraphe 2) devraient être appliquées.

En résumé, la procédure d'évaluation suggérée dans la Figure 1 ne représente pas une pratique statistique classique et ne peut pas être utilisée comme procédure d'évaluation de la conformité valide ou dans le contexte plus large du contrôle de l'échantillonnage.

L'évaluation de la conformité diffère du contrôle de l'échantillonnage, mais cette différence très importante semble être une source de confusion dans la manière dont les résultats des essais sont utilisés dans la pratique. L'utilisation de l'évaluation de la conformité pour le contrôle de l'échantillonnage est en général injustifiée et contredit le Manuel de procédure du Codex, à savoir que «les méthodes Codex

d'échantillonnage sont conçues de façon à assurer que des pratiques d'échantillonnage loyales et valides sont utilisées pour vérifier la conformité d'une denrée alimentaire à une norme spécifique produit du Codex». La CXG 50 révisée pourra peut-être fournir des orientations sur les deux.

Recommandations

Nous aimerions suggérer ce qui suit:

Soit:

- La Figure 1 et les observations connexes seront supprimées et remplacées par un diagramme illustrant correctement le rapport entre les résultats des essais et les valeurs vraies correspondantes dans l'incertitude de mesure, par exemple à l'aide de la Figure 8 de JCGM 106 (référence [5]) (voir la réponse ci-dessous à l'article 21); et
- Inclure un texte précisant que:
 - a. l'information sur l'incertitude de mesure découlant des rapports d'essais doit être utilisée ensemble avec une procédure reconnue d'évaluation de la conformité; et
 - b. l'évaluation de la conformité ne convient pas à l'échantillonnage en vue d'acceptation.

Soit:

- Au cas où la Figure 1 est conservée, la première note [section 28, à la page 10] doit être renforcée comme suit: «L'intervalle d'incertitude de mesure utilisé dans la Figure 1 et sa comparaison avec la valeur maximale **ne représentent pas une pratique statistique classique et ne peuvent pas être utilisés comme procédure valable d'évaluation de la conformité;** et
- Les interprétations au bas de la Figure 1 seront supprimées; ~~et~~

Indépendamment de la décision sur la Figure 1, nous recommandons de combiner les détails des procédures d'évaluation de la conformité des sections 27 et 28 en une section unique à insérer immédiatement après la note de mise en garde, avec le sous-titre «Procédures d'évaluation de la conformité».

En outre, nous pensons que, dans la mesure où il ne s'agit pas d'une procédure valable pour l'évaluation de la conformité ou pour l'échantillonnage en vue d'acceptation, une grande partie du texte explicatif, par exemple les deux derniers paragraphes de l'article 28 (c'est-à-dire les deuxième et troisième notes) et les articles 30 à 33 ne sont pas nécessaires et devraient être supprimés.

OBSERVATIONS SUR LA SECTION 21 DE L'INTRODUCTION (PAGE 3)

En réponse aux puces sous la section 21, la délégation de la Nouvelle-Zélande estime que:

Puce 1

Les deux exemples relatifs à l'échantillonnage en vue d'acceptation ne devraient pas être inclus dans la version révisée de CXG 54. Ils ne sont pas utiles étant donné que l'incertitude de mesure n'est pas utilisée de cette manière dans l'échantillonnage en vue d'acceptation.

Puce 2

La Figure 1 devrait être remplacée par la Figure 8 de JCGM 106 (référence [5]). Ce diagramme fournit une bien meilleure illustration de l'effet de l'incertitude de mesure car il présente différents scénarios pour les valeurs vraies et mesurées.

Puce 3

Il existe déjà des normes ISO et autres normes, ainsi que des documents publiés contenant des procédures valables pour l'évaluation de la conformité. Trois d'entre eux sont mentionnés dans le document actuel. Si la portée de cette CXG révisée est basée sur les contributions à l'incertitude de mesure, sur son évaluation et le rapport qui en est établi, accompagné de quelques orientations sur la manière dont les utilisateurs interprètent l'incertitude de mesure dans les rapports d'essais analytiques, en particulier concernant la relation de ces résultats d'essais aux valeurs réelles représentées par ces essais et sur le rôle de l'incertitude de mesure dans l'utilisation des résultats d'essais, alors une directive distincte, indépendante, expliquant les normes ISO ne serait pas nécessaire.

Puce 4

Comme indiqué à la Section 9, Contexte, le CCMAS a convenu «d'éviter tout chevauchement avec CXG 59 - 2006». La Nouvelle-Zélande appuie cette décision et n'appuie donc pas l'inclusion proposée d'une section adaptée émanant de GL 59.

NORVÈGE

La Norvège voudrait remercier l'Allemagne pour ses efforts constants visant à améliorer le traitement de l'incertitude de mesures dans le Codex et pour avoir entrepris le travail considérable d'une révision complète du premier projet des nouvelles directives CXG 54.

(i) Observations de caractère général

Observations au par 21, page 3: Les points suivants pourraient être discutés:

- Les deux exemples d'échantillonnage pour acceptation devraient-ils faire partie des directives?

Réponse: Les deux exemples d'échantillonnage pour acceptation constituent des exemples importants sur les conséquences d'une incertitude de mesure non négligeable d'une part concernant la taille de l'échantillon et d'autre part l'incertitude de mesure de la méthode analytique et ainsi ils devraient être inclus, mais simplifiés si possible.

- La Figure 1 (ancienne Figure 5) devrait-elle faire partie des directives?

Réponse: Nous soutenons que la figure 1 devrait faire partie de cette directive générale sur l'incertitude de mesure, car elle illustre les différentes situations de comparaison d'une mesure avec une spécification, et parce que cette figure est également incluse dans le document CXG 59 plus spécifique concernant les pesticides.

- Lors de la révision du premier projet, la complexité du processus de prise de décision devenait de plus en plus évidente. De plus, la norme ISO 17025 attache une grande importance au processus de prise de décision. Elle exige que les règles de décision appliquées dans l'évaluation de la conformité reposent sur l'incertitude de mesure et d'échantillonnage. Par conséquent, il serait peut-être raisonnable de penser à une directive expliquant les différentes normes, directives et publications ISO.

Réponse: Étant donné que toutes les deux directives CXG 50 et CXG 54 sont en cours de révision, il serait utile de créer un document permettant de relier ces deux directives interdépendantes mais distinctes.

- Il convient d'examiner si une version adaptée de GL 59, chapitre 4 pourrait être incluse dans le document GL 54.

Réponse: Nous sommes favorables à l'inclusion d'une version adaptée du chapitre 4 de CXG 59 dans CXG 54. Le chapitre 7 des notes explicatives de l'actuelle CXG 54 devrait également être inclus car l'équation d'Horwitz et HorRat ont d'importantes fonctions dans le Codex et dans le Manuel de procédure du Codex. Le modèle général de précision d'une méthode décrite par l'équation d'Horwitz est spécifiquement utilisé pour l'évaluation de l'acceptabilité des caractéristiques de précision d'une méthode d'analyse standard, et il est également utilisé par le CCMAS et par d'autres comités du Codex, à la fois pour l'évaluation de futurs méthodes Codex et pour l'élaboration des critères d'une méthode du Codex.

- La répétabilité est utilisée plusieurs fois dans le document. Le terme «répétabilité» devrait être remplacé par le terme plus général de «précision» afin de ne pas exclure la précision ou la reproductibilité intermédiaire.

Motif: La répétabilité (définition VIM: *précision de mesure dans un ensemble de conditions de mesure de répétabilité*) est un type de précision spécifique (définition VIM: *concordance entre indications ou valeurs mesurées obtenues par des mesures répliquées sur des objets identiques ou similaires dans des conditions spécifiées*). Nous pensons donc que le terme spécifique «répétabilité» devrait être remplacé par le terme plus général «précision» dans tout le document afin de ne pas exclure la précision intermédiaire (définition VIM: *précision de mesure dans un ensemble de conditions de mesure de précision intermédiaire*) et la reproductibilité (définition VIM: *précision de mesure dans des conditions de mesure de reproductibilité*).

- En ce qui concerne les références de bibliographie: Les références doivent être mises à jour dans le document car les références 2, 6, 7, 8, 10, 11, 16, 17 et 19 manquent dans le texte, la référence 1 figure pour la première fois au paragraphe 20, la référence 9 figure pour la première fois au paragraphe 30 et la référence 18 figure pour la première fois au paragraphe 34. NMKL Procédure no. 5, 2e édition (2003): La référence à "L'estimation et l'expression de l'incertitude de mesure dans l'analyse chimique" doit également être ajoutée à la liste de références mise à jour (voir l'observation spécifique ci-dessous).

(ii) Observations spécifiques:

Nous proposons de souligner l'importance fondamentale de l'incertitude de mesure pour garantir la traçabilité métrologique des mesures analytiques en insérant la phrase suivante au paragraphe 1 à la page 5.

Tous les résultats de mesure ont une incertitude associée; la non estimation de l'incertitude de mesure ne signifie pas qu'il n'y a pas d'incertitude. **L'estimation de l'incertitude de mesure est nécessaire pour rendre un résultat de mesure analytique traçable métrologiquement.** En conséquence, l'incertitude de mesure est d'une importance capitale pour la vérification de la conformité à la réglementation et la prise de décision qui la suit. Il convient de noter que, dans cette directive, l'incertitude de l'échantillonnage n'est pas incluse.

Motif: La définition VIM de la traçabilité métrologique est la suivante: «caractéristique d'un résultat de mesure, où le résultat peut être associé à une référence tout au long d'une chaîne d'étalonnage continue et documentée, chacun contribuant à l'incertitude de mesure». Par conséquent, l'incertitude de mesure du résultat de la mesure analytique, ainsi que la relation ininterrompue entre le résultat de la mesure analytique et une référence, comprennent la traçabilité métrologique du résultat de la mesure analytique. Reconnaisant le double mandat du Codex Alimentarius, la traçabilité métrologique est fondamentale pour les mesures analytiques, de même que la traçabilité en général est essentielle pour faciliter le commerce international et constitue un aspect indispensable de la transparence.

Nous proposons d'ajouter des références aux définitions qui n'en ont pas dans le paragraphe 8, à la page 6, comme suit:

échantillon de laboratoire

échantillon tel que préparé (à partir du lot) pour envoi au laboratoire et destiné au contrôle ou aux essais **[SOURCE: ISO 6498:2012]**

échantillon d'essai

sous-échantillon ou échantillon préparé à partir de l'échantillon de laboratoire et à partir duquel des prises d'essai seront prélevées **[SOURCE: ISO 6498:2012]**

lot

quantité déterminée d'un produit, matériau ou service spécifique, groupés ensemble **[SOURCE: ISO 2859-1:2014]**

échantillon

un ensemble d'un ou de plusieurs éléments tirés d'un lot et destinés à fournir des informations sur le lot **[SOURCE: ISO 2859-1:2014]**

élément

ce qui peut être décrit et considéré individuellement **[SOURCE: ISO 2859-1:2014]**

taille de l'échantillon

nombre d'éléments dans l'échantillon **[SOURCE: ISO 2859-1:2014]**

prélèvement élémentaire

quantité de matériau en vrac prise en une seule action par un dispositif de prélèvement **[SOURCE: ISO 10725:2000]**

Motif: L'origine des définitions doit être clairement indiquée à l'utilisateur.

Nous proposons d'inclure la précision suivante à la quatrième phrase du paragraphe 9 à la page 7.

L'incertitude de mesure est exprimée comme un intervalle dans lequel se situeront, **avec une probabilité de couverture déclarée**, les valeurs pouvant être raisonnablement attribuées à la quantité mesurée.

Motif: L'expression de l'incertitude de mesure doit toujours être accompagnée de sa probabilité de couverture déclarée pour permettre une interprétation correcte.

Nous proposons la modification suivante de la phrase au paragraphe 10, page 7:

Les composants individuels de l'incertitude de mesure, **comme la précision et le biais**, doivent être identifiés et quantifiés, ~~en particulier la répétabilité et les biais.~~

Motif: L'utilisation de l'expression "composants individuels" est ambiguë dans la phrase d'origine et peut être interprétée de plusieurs manières. La phrase modifiée précise que l'expression "composants individuels"

désignent les erreurs aléatoires (précision) et les erreurs systématiques (biais). Remplacer la répétabilité par la précision afin de rendre la phrase plus générale, en incorporant différents niveaux de précision au lieu de la seule répétabilité (voir également l'observation générale sur la répétabilité).

Nous proposons la modification suivante à la page 7, par 13:

Il existe de nombreuses procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure d'un résultat, notamment celles décrites dans la norme ISO [13], **NMKL [xx]** et le Guide EURACHEM [12].

Où NMKL [xx] doit figurer avec le numéro de référence approprié dans la liste de références mise à jour, comme suit:

[xx] NMKL Procédure no. 5, 2e édition (2003): "L'estimation et l'expression de l'incertitude de mesure dans l'analyse chimique"

Motif: NMKL procédure no. 5 est référencée dans l'actuelle CXG 54 ce qui devrait être maintenue dans la nouvelle directive, vu que EURACHEM et GUM sont repris de l'ancienne CXG 54 à la nouvelle CXG 54.

Nous proposons de supprimer le paragraphe 15, à la page 8, à l'exception de la première phrase qui devrait être déplacée au paragraphe 16 actuel (voir la proposition suivante ci-dessous)

Motif: Les approches descendante et ascendante ont toutes deux des avantages et des inconvénients et nous proposons donc de supprimer le paragraphe 15, car il laisse une impression très biaisée quant à la fiabilité de l'utilisation d'approches différentes. Alternativement, les caractéristiques liées à l'utilisation d'une approche ascendante devraient également être clairement énoncées dans un nouveau paragraphe.

Nous proposons de déplacer la première phrase du paragraphe 15 au paragraphe 16 après la suppression du paragraphe 15.

16. Ces procédures ne sont pas équivalentes et peuvent produire différentes estimations de l'incertitude de mesure. Outre le fait que ces procédures peuvent varier en ce qui concerne les effets d'influence, il existe également des **différences souvent considérables dans l'approche de savoir comment et quelles erreurs aléatoires sont incluses dans les** ~~dues à la variabilité aléatoire des~~ valeurs de l'écart type (reproductibilité interne, reproductibilité, répétabilité). Par conséquent, l'approche choisie pour estimer l'incertitude de mesure (validation interne, essai circulaire, approche ascendante, etc.) et le niveau de confiance estimé de l'incertitude de mesure doivent être fournis.

Motif: Inclure la phrase du paragraphe 15 supprimé pour conserver la précision selon laquelle l'estimation de l'incertitude de mesure dépend des informations utilisées pour calculer l'incertitude de mesure. Supprimer «variations dues à la variabilité aléatoire des» et spécifier qu'il existe des différences dans l'approche de savoir comment et quelles erreurs aléatoires sont incluses dans les écarts types.

PÉROU

Observations de caractère général

Le Pérou reconnaît le travail accompli par l'Allemagne dans la révision des Directives sur l'incertitude de mesure, CXG 54-2004.

Les directives offrent une assistance dans le calcul de l'incertitude d'échantillonnage, un sujet mis en évidence dans la nouvelle édition de la norme ISO / IEC 17025 Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

Observations spécifiques

Le Pérou n'a formulé aucune observation spécifique concernant la demande d'observations CL 2019/16-MAS sur la révision, à l'étape 3, des Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004).

BIPM

Le document CX/MAS 19/40/6 semble légèrement différent de la dernière version que j'ai vue dans le groupe de travail électronique pertinent.

Cependant, en tant qu'observateur du CCMAS, je voudrais attirer votre attention sur deux problèmes spécifiques majeurs.

- 1) La formule figurant à la page 20 sous point 41 est incorrecte. Les coefficients de sensibilité doivent être au carré. La formule correcte suit ci-après.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2} \equiv \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)}$$

où $c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i}$ et $u_i(y) \equiv |c_i| u(x_i)$

- 2) Les références énumérées aux pages 23 et 24 ne sont pas numérotées et n'ont pas été attribuées dans le texte comme les autres références dans le reste du document.